

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 64-071886

(43)Date of publication of application : 16.03.1989

(51)Int.Cl.

C07F 7/18
// B01J 31/22
C07B 61/00

(21)Application number : 63-212640

(71)Applicant : DOW CORNING CORP

(22)Date of filing : 29.08.1988

(72)Inventor : REVIS ANTHONY

(30)Priority

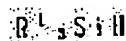
Priority number : 87 91166 Priority date : 31.08.1987 Priority country : US

(54) PRODUCTION OF SILYL KETENE ACETAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To industrially advantageously obtain the compd. for org. synthesis intermediates, etc., by bringing a specific allyl 2-organoacrylate into contact with trisubstituted silane in the presence of a rhodium catalyst and isolating the formed bis(silyl) ketene acetal.

CONSTITUTION: The objective compd. having formula III is obtd. by bringing the allyl 2-organoacrylate (e.g.; allylmethacrylate, etc.), having formula I [R is (substd.) alkyl, (substd.) aryl, (substd.) alkaryl] into contact with the trisubstituted silane (e.g.: trimethylsilane, etc.), having formula II [R1 is (substd.) alkyl, (substd.) aryl, (substd.) alkaryl, alkoxy, halogen, organosiloxane] in the presence of the rhodium catalyst, then separating and isolating the formed bis(silyl) ketene acetal.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-71886

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和64年(1989)3月16日

C 07 F 7/18
B 01 J 31/22
C 07 B 61/00

3 0 0

W-8018-4H
Z-8017-4G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全7頁)

⑮ 発明の名称 シリルケテンアセタールの製造方法

⑯ 特 願 昭63-212640

⑰ 出 願 昭63(1988)8月29日

優先権主張 ⑱ 1987年8月31日 ⑲ 米国(US) ⑳ 091166

㉑ 発 明 者 アンソニー レビス アメリカ合衆国, ミシガン, フリーランド ガーフィールド ロード 9417

㉒ 出 願 人 グウ コーニング コーポレーション アメリカ合衆国, ステイト オブ ミシガン, ミッドランド (番地なし)

㉓ 代 理 人 弁理士 青 木 朗 外4名

明 細 書

1. 発明の名称

シリルケテンアセタールの製造方法

2. 特許請求の範囲

1. (A) ロジウム触媒の存在において、式：



(式中、R はアルキル基、アリール基、アルカール基、置換アルキル基、置換アリール基、及び置換アルカール基からなる群より選ばれる。)を有するアリル 2-オルガノアクリレートと、式： R^1_3SiH (式中、 R^1 はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アルカール基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アルカール基、アルコキシ基、ハロゲン原子、及びオルガノシロキシ基からなる群より選ばれる。)を有する三置換シランとを接触させ、そして

(B) ビス(シリル)ケテンアセタールを分離及び単離する

工程からなる式 $(\text{CH}_3)_3\text{RC}=\text{C}(\text{OSiR}^1)_2$ (式中、R 及

び R^1 は上記の通りに定義される。)を有するビス(シリル)ケテンアセタールの製造方法。

2. ロジウム触媒をオルガノロジウム錯体および無機配位子を持つロジウム触媒から選択する請求項 1 に記載の方法。

3. アリル 2-オルガノアクリレートがアリルメタクリレートであり、三置換シランが $(\text{CH}_3)_3\text{SiH}$ であり、ロジウム濃度がアリル 2-オルガノアクリレートに関するモル基準で 100ppm より高く、反応温度が約 30℃ より高く、反応時間が少なくとも 30 分間であり、そしてビス(シリル)ケテンアセタール $(\text{CH}_3)_3\text{C}=\text{C}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2)_2$ が蒸留によって分離及び単離される請求項 1 に記載の方法。

4. ロジウム濃度が約 500~2000ppm の範囲内であり、反応温度が約 30~80℃ の範囲内であり、反応時間が約 30~180 分間の範囲内であり、ビス(シリル)ケテンアセタールが約 85 重量% より高い純度で回収される請求項 3 に記載の方法。

特開昭64-71886(2)

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はシリルケテンアセタールの製造方法に係る。より詳しく述べると、本発明は三置換シラ

ンと式 $\text{CH}_2=\overset{\text{O}}{\underset{\text{||}}{\text{C}}}\text{R}^1\text{CH}=\text{CH}_2$ を有するアリル 2-オルガノアクリレートとの反応によって式 $(\text{CH}_3)_3\text{RC}=\text{C}(\text{OSiR}^1)_2$ を有するビス(シリル)ケテンアセタール(BSKA)を製造する方法に係る。上記式中、R はアルキル基、アリール基、アルカリール基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アルカリール基からなる群より選択され、R¹ はそれぞれ独立してアルキル基、アリール基、アルカリール基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アルカリール基、アルコキシ基、ハロゲン原子及びオルガノシロキシ基からなる群より選択される。

(従来の技術と発明が解決しようとする課題)

シリルケテンアセタール(SKA)の製造に関する最初の文献は1950年代後半のPetrovらによる

シリルケテンアセタールを調製する4つの方法が業界で知られている。第1のSKAの製造の一般的な方法は、カルボン酸、エステル、の適当な金属試薬との反応による金属エノレートイオンの生成後、エノレートイオンとオルガノクロシランを反応することからなる。AinsworthらがJ. Organometallic Chem. 46(1972), 59~71頁に、カルボン酸エステルとトリチウムジイソプロピルアミドの反応後トリメチルクロシランとの反応によるSKAの調製を記載している。KitaらはTetrahedron Letters 24:12(1983年), 1273~1276頁に同様の方法による二官能性SKAの調製を開示している。BrownはJ. Org. Chem. 39:9(1974), 1324~1325頁にテトラヒドロフラン中の水素化カリウムとカルボニル化合物を反応後、過剰のトリエチルアミン及びトリメチルクロシランと反応して、金属エノレートイオンを調製することが記載されている。

Kuoらは、Chemical Communications (1971) 136~137頁に、式 $\text{R}^1\text{R}^2\text{C}=\text{C}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2)_2$ (式

J. Gen. Chem. (USSR), 29(1959), 2896~2899頁であった。この文献及びこの技術に関するその他の文献は一般式: $\text{R}_2\text{Si}(\text{OC}=\text{C}(\text{CH}_3)_2)_2$ (式中、v は $\text{O}(\text{CH}_2)_v\text{Z}$

1又はそれ以上の値を有する)の化学種を取扱っている。ここにZは、アルキル基、アルケニル基、アリール基、アルカリール基などの基であり、これらの基のいずれもがエーテル酸素原子、チオ基、オルガノシロキシ基のようなシリル化条件下で不活性である1又は2以上の官能基を含んでいる。

シリルケテンアセタールは、他の手段では合成が困難である有機化合物を調製する中間体として有用である。最近の新たな用途としてはアクリレート重合開始剤としてのSKAの使用がある。基転移重合(GTP)として知られるこの概念はデュボンにより発展されたものであり、米国特許第4414372号(Parnhamら、1983年11月8日発行)、同第4417034号(Webster, 1983年11月22日発行)及び同第4508880号(Webster, 1985年4月2日発行)の3件の米国特許明細書に開示されている。

中、R¹及びR²は水素、メチル基、イソブチル基及びフェニル基である。)のビス(シリル)ケテンアセタールの調製を開示している。このシリルケテンアセタールは対応するカルボン酸又はカルボン酸のシリルエステルとトリチウムジイソプロピルアミド、トリメチルクロシラン及びテトラヒドロフランの接触による反応で調製される。

第2の一般的方法では、カルボン酸エステルのオルガノヒドロシランによるヒドロシル化(hydrosilation)によりシリルケテンアセタールを調製する。Petrovらは、J. Gen. Chem. (USSR) 29(1959) 2896~2899頁にメチルメタクリレートとトリエチルシランの白金触媒反応を記載している。OjimaらはJ. Organometallic Chem. 111(1976) 43~60頁に触媒としてトリス(トリフェニルホスフィン)ロジウムクロライドの使用を検討している。HoweらがJ. Organometallic Chem. 208(1981), 401~406頁にそしてYoshiiらがChem. Pharm. Bull. 22(1974) 2767~2769頁に、触媒としてロジウムのオルガノ亜りん酸錯体を用いて $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{SiH}$ とメ

特開昭64-71886 (3)

チルメタクリレート反応により70~75%の収率でSKAを得たと記載している。Quirkらは欧州特許出願公開第184692号(1986年6月18日公開)に、 α -シリル化ケテンアセタール及びエノールエーテル並びにロジウム触媒の存在におけるアクリレートエステルとシラン又はシロキサンの反応によるその調製方法について開示している。

第3の方法では、Ishikawaらが米国特許第4482729号明細書(1984年11月13日発行)にフッ素化カルボン酸エステルとトリメチルシリルトリフルオロメタンスルホネートの反応によるフルオロアルキルシリルケテンアセタールの調製を記載している。

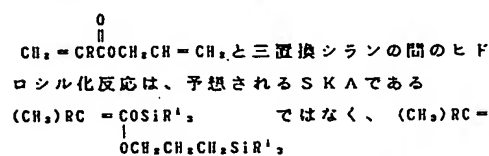
第4の方法はトリメチルクロシランの存在における二置換マロネートのアルカリ金属反応によるシリルケテンアセタールの製造からなる。KuoらがChemical Communications(1971) 136~137頁及びJ. Am. Chem. Soc. 94: 11 (1972) 4037~4038頁に金属ナトリウムの存在におけるジアルキルジアルキルマロネートとトリメチルクロシランの

反応による式 $R^1R^2C=C(OR^3)OSi(CH_3)_3$ のシリルケテンアセタールの調製を開示している。

(課題を解決するための手段及び作用効果)

しかしながら、ここに、三置換シランとアリル2-オルガノアクリレート反応によりビス(シリル)ケテンアセタールが調製可能であることが見出された。

本発明は、アリル2-オルガノアクリレート



$C(OSiR^1)_2$ なるBSKAを生成するという予期せざる結果にもとづいて為されたものである。本発明者はアリル2-オルガノアクリレートと三置換シランの反応中にアリル基がプロパンとして放出されると考える。

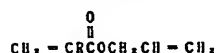
BSKAは三置換シリル2-オルガノアクリレート

と三置換シランのヒドロシル化反応で生成することができる。しかしながら、三置換シリル2-

オルガノアクリレート $CH_2=C(R^1)COCH_2CH=CH_2$ は市販されていないので、この反応のために特別に合成する必要がある。例えばアリルメタクリレートのような多くのアリル2-オルガノアクリレートは市販されている。BSKAの生成にアリル2-オルガノアクリレートを使用できることは原料と製造のコストを直接に低減する。さらに、本発明者は三置換シリル2-オルガノアクリレートはアリル2-オルガノアクリレートと三置換シランの反応中に生成する中間体であると考えている。

本発明に従えば、以下に詳述する条件下で三置換シランとアリル2-オルガノアクリレート反応によるビス(シリル)ケテンアセタールの調製方法が提供される。すなわち、本発明によれば、

(A) ロジウム触媒の存在において、式：



(式中、Rはアルキル基、アリール基、アルカリール基、置換アルキル基、置換アリール基、及び置換アルカリール基からなる群より選ばれる。)を有するアリル2-オルガノアクリレートと、式： R^1SiH (式中、 R^1 は独立してアルキル基、アリール基、アルカリール基、置換アルキル基、置換アリール基、置換アルカリール基、アルコキシ基、ハロゲン原子、及びオルガノシロキシ基からなる群より選ばれる。)を有する三置換シランとを接触させ、そして

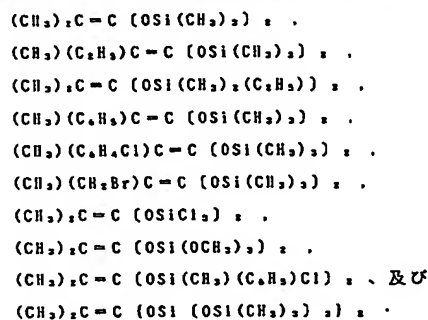
(B) ビス(シリル)ケテンアセタールを分離及び単離する

工程からなる式 $(CH_3)_3RC=C(OSiR^1)_2$ (式中、R及び R^1 は上記の通りに定義される。)を有するビス(シリル)ケテンアセタール製造する方法が提供される。

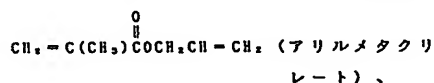
本発明の目的において、「置換アルキル基、置換アリール基及び置換アルカリール基」とはシリル化条件下で不活性な1又はそれ以上の置換官能基を含むアルキル基、アリール基及びアルカリ-

ル基である。このような官能基の例はエーテル基、第3アミノ基、アミド基、チオ基、カルボニル基及びオルガノシロキシ基がある。本発明の目的において「オルガノシロキシ基」は式-OSiR₂(式中、Rは上記定義の通りである。)を有する。

本発明の方法で調製するBSKAは、例えば、



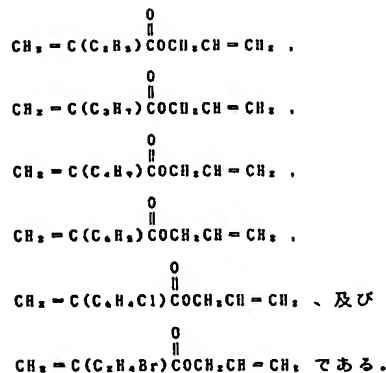
アリル2-オルガノアクリレートは、例えば、



本発明ではハイドロシル化反応を触媒することが知られているどのロジウム触媒でも用いることができる。このような触媒の例は上記 Ojimaら、Howes, Yoshiiら及び Quirkらの文献に記載されている。好ましいロジウム触媒はオルガノロジウム錯体及び無機配位子を持つロジウム触媒からなる群から選ばれる。オルガノロジウム錯体は例えばトリス(トリフェニルホスフィン)ロジウムクロリド、 $\text{RhCl}_3 \cdot (n\text{-Bu}_2\text{S})_3$ 又はロジウムカルボニルクロリドであることができる。無機配位子を持つロジウム触媒は、例えば、 $\text{RhCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{RhBr}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, $\text{Rh}(\text{NO}_2)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 、又は $\text{Rh}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ であることができる。トリス(トリフェニルホスフィン)ロジウムクロリド及び $\text{RhCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ がより好ましいロジウム触媒である。

アリル2-オルガノアクリレートに関するモル基準で100ppmのように低いロジウム濃度でもアリル2-アルキルアクリレートと三置換シランの反応を促進するのに有効である。しかしながら、反応速度は触媒濃度に比例し、触媒濃度が低いほど

特開昭64-71886 (4)



三置換シランは、例えば、トリメチルシラン、トリエチルシラン、ジメチルエチルシラン、i-プロピルメチルシラン、i-ブチルジメチルシラン、フェニルジメチルシラン、トリクロロシラン、トリメトキシシラン、メチルエチルプロモシラン、及びトリス(トリメチルシリロキシ)シランであることができる。

それに比例して反応速度が低下するであろう。さらに、約100ppmの濃度の触媒は触媒の作用を抑制又は毒する微量の不純物その他の条件によって容易に有効でなくなることがある。さらに、この反応の副生成物の可能性があるプロペンは第VIII族金属触媒と錯体を生成することができる。そのため、プロペンの存在はロジウム触媒の有効性を抑制するファクターになることがある。合理的な温度と合理的な反応時間で反応を促進するために有効な触媒レベルを確実にするために、アリル2-オルガノアクリレートに関するモル基準でロジウムが約500~2000ppmの範囲の触媒濃度が好ましい。2000ppmを越えるロジウム触媒量は反応時間を短縮する上では利益がある。しかしながら、追加する触媒のコストが得られる利益を上回るであろう。従って、触媒をより多量に用いることは可能であるが、それ以上の利益を与えることは考えられない。

この反応を実施する化学量論量の反応体はアリル2-オルガノアクリレートの1モル当たり

特開昭64-71886 (5)

2.0モルの三置換シランである。2-オルガノアクリレートの転換と所望のBSKAの収率を最大化するために好ましい操作の態様は過剰の三置換シランの追加である。より好ましくは、三置換シランは反応混合物中に少なくとも5%の化学量論的過剰量（三置換シラン対アリル2-オルガノアクリレートのモル比少なくとも2.1:1）存在すべきである。

アリル2-オルガノアクリレートと三置換シランの反応は周囲温度で起きる。好ましくは、反応温度は約30℃より高くなければならない。より好ましくは、アリル2-オルガノアクリレートと三置換シランの反応中の温度は約30~80℃の範囲に維持すべきである。この温度の下限は十分な反応速度を実現するのを確実にする最低限の温度である。上限の温度はアリル2-オルガノアクリレートのアリル基及びビニル基の重合を最小限にするように特定したものである。このような重合は温度の上昇とともに急速に増加する。ポリマーの生成は所望のBSKAの収率上好ましくない。

ビニル基とアリル基の重合を最小限化するために任意に重合禁止剤を添加してもよい。重合禁止剤は、例えば、ブチル化ヒドロキシトルエン

（BHT又は2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェノール）、ヒドロキノン、4-メトキシフェノール、又は4-メチルフェノールであることができる。さらに、重合禁止剤は酸素の存在によって有効にされる。従って、大気中で反応を行わせることができるであろう。しかしながら、安全のためには、反応系を少量の酸素を含む不活性ガスでバージすることが好ましい。このような不活性ガス混合物は約2体積%の酸素を含む窒素バージであることができる。

前述したように、この反応の替的中間生成物の1つはプロペンである。この反応の進行を促進するためにはプロペンは反応帯域から除去すべきである。アリル2-オルガノアクリレートと三置換シランの反応中の反応帯域の圧力は大気圧に維持することが好ましい。

アリル2-オルガノアクリレートと三置換シラ

ンは反応条件でロジウム触媒の存在において約30分間以上にわたって接触させる。下記の実施例で示されるように、約30~180分の範囲の反応時間が反応を完了させるのに適当である。

シリルケテンアセタールは蒸留のような慣用手法で回収することができる。これは以下の実施例で示される。慣用の蒸留カラムの設計によりシリルケテンアセタールを85~90重量%より高い純度で回収することができるようにすることができる。

(実施例)

当業者が本発明をより良く理解し評価できるように以下の実施例を示す。これらはあくまでも説明を目的とするもので、限定的意図はない。

例 1

実験室の反応フラスコにアリルメタクリレート (AMA) 25g (0.2モル)、テトラヒドロフラン (THF) に溶解した $\text{RbCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ の0.03M溶液 4.3ml、及びブチル化ヒドロキシトルエン(BHT) 0.32gの溶液を入れた。この反応混合物のロジウ

ム含量はAMAに関するモル基準で約500ppmである。反応フラスコにはメカニカルスターラ、加熱装置、及び還流凝縮器を装備した。フラスコは2体積%の酸素を含む炭素ガスでバージした。

フラスコの中味を41℃に加熱した。トリメチルシラン(TMS)を加圧下の液化ガスとしてフラスコに供給した。数mlのTMSをフラスコに添加したとき、フラスコの中味の温度を65℃に加熱した。加熱マントルを下げ、フラスコの中味を54℃に冷却した。次に約10~15mlのTMSをフラスコに添加した。それからフラスコの中味を31℃に冷却したが反応の証拠はなかった。 $\text{RbCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ の0.03M THF溶液2mlをフラスコに添加した。発熱は認められなかった。反応混合物を再び加熱した。65℃で、THF/ロジウム触媒溶液4mlをフラスコに添加した。TMSの添加を再開した。反応混合物の温度が77℃に上昇した。反応フラスコの冷却とTMSの添加を交互に続けて、反応混合物の分析がAMAを完全に消費したことを示すまで続けた。合計で約61ml (0.52モル) の

特開昭64-71886 (6)

TMSを添加した。フラスコ中の混合物の最終ロジウム含有はAMAに関するモル基準で約1200ppmである。

最初にTMSを添加してから51分、64分、78分及び115分後に、フラスコの中味の試料を採取した。これらの試料をそれぞれ試料A、B、C、Dと称する。これらの試料をガスクロマトグラフィー及び質量分析装置で分析した。これらの分析法により、シリルケテンアセタール $(CH_3)_2C=C(OSi(CH_3)_3)_2$ 、未反応AMAとトリメチルシリルメタクリレート(TMSMA)の混合物である成分、及び触媒溶剤のTHFが同定された。質量分析法-ガスクロマトグラフィー法によりフラスコの中味はカルボニルアダクト $CH_2=C(CH_3)CH(OSi(CH_3)_3)_2$ を全く含んでいないことを示した。表1に分析結果をまとめて示す。示された結果は、THFの含分(「THF(%)」で示す)、未反応AMAとTMSMAの混合物(「Mix(%)」で示す)、BSKA含分(「SKA(%)」で示す)、残りの含分(「その他(%)」で示す)であり、

これらの結果はガスクロマトグラフィーの面積のパーセントによる値である。

表 1

試料	THF(%)	Mix(%)	SKA(%)	その他(%)
A	15.1	60.7	2.0	21.2
B	11.1	27.5	29.1	32.9
C	14.7	30.9	23.6	20.8
D	15.7	4.6	56.4	23.2

上記の結果は式 $(CH_3)_2C=COSi(CH_3)_3$



を有すシリルケテンアセタールの生成という予想に反して、ビス(シリル)ケテンアセタールが生成したことを示している。

例 2

例1で用いたと同様な原材料、装置、手順及び分析法を適用した。126g(1.0モル)のAMA、29mlの $RhCl_3 \cdot 3H_2O$ の0.03M THF溶液、及び0.13gのBHTの溶液をフラスコに入れ、急激に攪拌した。フラスコとその内味を2体積%の酸素

を含む窒素流でバージした。

TMSを少量添加し、次に冷却して発熱を吸収し、次にTMSを後添加し、そして必要なときにはロジウム触媒溶液を添加した。

表2はTMSとロジウム触媒溶液のフラスコへの添加を時間の間歇としてまとめて示す。表2に試料を採取した時間も示す。表2では、実験の開始からの分単位の経過時間を「時間」、ミリリットル単位のTMSの量を「TMS(ml)」、ロジウム触媒の量を「触媒(ml)」、そして分析に採取した試料を「試料」(最初をEから始めて特定した)として示す。

表 2

時間(分)	TMS(ml)	触媒(ml)	試料
0	0	29	--
7	40	--	--
10	25	--	E
27	16	--	--
32	40	--	--
38	60	--	F
47	--	7	--
57	60	15	--
62	--	10	G
72	--	10	--
78	60	10	--
91	--	--	H

こうして、合計で300ml(2.6モル)のTMSを添加した。TMSの供給の前及び際中に、合計52ml(出発AMAに関するモル基準で約1800ppmのRh)のロジウム触媒溶液を添加した。フラスコ中の混合物の温度は42℃から101℃まで変化した。

特開昭64-71886 (7)

た。フラスコ中には約 290 g の粗生成物が含まれた。

試料 E, F, G, H をそれぞれガスクロマトグラフィー法と質量分析法で分析した。表 3 にこれらの分析の結果を示す。表 1 と同じ表示を用いた。

表 3

試料	T H F (%)	M i X (%)	S K A (%)	その他 (%)
E	11.5	78.9	--	9.6
F	9.9	53.6	8.1	29.5
G	19.9	12.1	37.9	30.1
H	22.2	5.4	41.5	30.9

カルボニルアダクト (C A) の存在の証拠は全く検出されなかった。

粗生成物を実験室回転蒸発器に置いて低沸点物質を除去した。低沸点物質をストリップした粗生成物は 68.5% の S K A 含量を有した。次に粗生成物を長さ 3 インチ、直径 1 インチの実験室蒸留カラムで蒸留した。蒸留カラムはセラミックサドルを充填した。オーバーヘッド温度 71℃ で生成物を

を分離した。分離生成物 (合計 88 g) を 5 回採取した。これらの分離物の S K A 含量は 86.6 ~ 92.3% の範囲であった。C A の存在の証拠は検出されなかった。

上記の結果は、ロジウム触媒の存在における三置換シランとアリル 2-オルガノアクリレートの反応によるビス (シリル) ケテンアセタール (BSKA) の製造及び回収を示している。

例 3

例 2 で用いた装置、手順及び分析法を用いた。同じ原材料を用いたが、但し触媒としてはトリス (トリフェニルホスフィン) ロジウムクロリドを用いた。最終反応混合物はトリス (トリフェニルホスフィン) ロジウムクロリド 0.77 g (8.3×10^{-4} モル) の存在において 63 g (0.5 モル) の A M A に対する合計添加量 170 ml (108.5 g 又は 1.47 モル) の T M S から生成したものであった。最終混合物のロジウム含量は A M A に関するモル基準で約 1600 ppm であった。

T M S とロジウム触媒の添加は 105 分間にわた

って行って完了した。フラスコの中味の温度は 39℃ から 104℃ まで変化した。操作の途中で試料を周期的に採取して反応の進行を追うために分析した。最終的な分析によれば、粗生成物は A M A を含まず、S K A 含量は 52.5% であった。C A の存在の証拠は検出されなかった。

この結果は、オルガノロジウム錯体が三置換シランとアリル 2-オルガノアクリレートの反応によるビス (シリル) ケテンアセタールの生成に有効な触媒であることを示している。

特許出願人

ダウ コーニング コーポレーション

特許出願代理人

弁理士 青 木 朗
 弁理士 石 田 敬
 弁理士 古 賀 哲 次
 弁理士 山 口 昭 之
 弁理士 西 山 雅 也